Sergio Acevedo¹, Liliana Giraldo^{1,*}, Juan Carlos Moreno²

¹Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Colombia, Sede Bogotá. Avenida Carrera 30 No. 45 -03, Bogotá, Colombia.

²Departamento Química. Facultad de Ciencias. Universidad de los Andes. Carrera 1 No. 18 A- 10, Bogotá, Colombia.

*Autor para correspondencia: lgiraldogu@unal.edu.co

Recibido: 17 de septiembre de 2015. Aceptado: 30 de octubre de 2015

Caracterización textural y química de carbones activados preparados a partir de cuesco de palma africana (*Elaeis guineensis*) por activación química con CaCl, y MgCl,

Textural and chemical characterization of activated carbon prepared from shell of african palm (*Elaeis guineensis*) by chemical activation with CaCl, and MgCl,

Caracterização textural e química de carvões ativados prearados a partir de casca da palmeira africana (*Elaeis guineensis*) por ativação química com CaCl₂ y MgCl₂

Resumen

Se obtuvieron carbones activados mediante activación química de cuesco de palma africana (Elaeis Guineensis) con soluciones de cloruro de magnesio y cloruro de calcio a diferentes concentraciones. Los materiales preparados se caracterizaron textural y químicamente. Los resultados obtenidos muestran que los carbones activados con los mayores valores de área superficial y volumen de poro se obtienen cuando se emplean soluciones con las menores concentraciones del agente activante. Los carbones activados obtenidos presentan áreas superficiales y volúmenes de poro con valores entre 10 y 501 m²/g y 0,01 y 0,29 cm3/g respectivamente. Los valores de las entalpías de inmersión de los sólidos en agua se encuentran entre -14,3 y -32,8 J/g y en benceno entre -13,9 y -38,6 J/g. La acidez y la basicidad total de los carbones activados presentan valores entre 23 y 262 µmol/g y 123 y 1724 µmol/g respectivamente. También se determinó el pH en el punto de carga cero, con valores entre 4,08 y 9,92 para el conjunto de los carbones activados. Los resultados muestran que la activación con las sales MgCl, y CaCl, producen carbones activados con poros en el rango de los mesoporos que facilitan la entrada del adsorbato al interior del material.

Palabras clave: carbón activado, solución de CaCl₂, solución de MgCl₂, entalpía de inmersión.

Abstract

Activated carbons through chemical activation of African palm shells (Elaeis guineensis) with magnesium chloride and calcium chloride solutions at different concentrations were obtained. The prepared materials were characterized textural and chemically. The results show that activated carbons with higher values of surface area and pore volume are obtained when solutions with lower concentrations of the activating agent are used. The obtained activated carbons have surface areas and pore volumes with values between 10 and 501 m²/g and 0.01 and 0.29 cm³/g respectively. Immersion enthalpies values of solids in water were between -14.3 and -32.8 J/g and benzene between -13.9 and -38.6 J/g. Total acidity and basicity of the activated carbons had values between 23 and 262 μ mol/g 123 and 1724 µmol/g respectively. pH at the point of zero charge was also determined with values between 4.08 and 9.92 for set of activated carbons. The results show that activation with CaCl₂ and MgCl₂ salts produce activated carbons with pores in the range of mesopores for facilitate entry of the adsorbate into the materials.

Keywords: activated carbon, CaCl₂ solution, MgCl₂ solution, immersion enthalpy.

Resumo

Carvões ativados por ativação química a partir da casca de palmeira africana (Elaeis guineensis) com soluções de cloreto de magnésio e cloreto de cálcio em diferentes concentrações foram obtidas. Os materiais preparados foram caracterizados pela textura e quimicamente. Os resultados obtidos mostram que os carvões ativados com maiores valores de área superficial e volume de poros se conseguem usando baixas concentrações do ativante. Os carvões ativados obtidos têm áreas superficiais e volumes de poro com valores entre 10 e 501 m^2/g e 0,01 e 0,29 cm³/g, respectivamente. Os valores da entalpia de imersão do sólido em água situam-se entre -14,3 e -32,8 J/g e em benzeno entre -13,9 e -38,6 J/g . A acidez e basicidade total dos carvões ativados obtidos apresentam valores entre 23 e 262 μmol/g e 123 e 1724 μmol/g, respectivamente. O pH no ponto de carga zero também foi determinado com valores entre 4,08 e 9,92 para todos os carvões ativados. Os resultados mostram que a ativação com CaCl, e MgCl, produze carvões ativados com poros na gama de mesoporos que facilitam a entrada do adsorbato para os materiais.

Palavras-Chave: carvão ativado, solução de CaCl₂, solução de MgCl₂, entalpia de imersão.

Introducción

Colombia fue en el año 2010 el primer productor en América Latina de aceite de palma y fue el quinto en el mundo, después de Indonesia, Malasia, Tailandia y Nigeria con una producción nacional de 753 mil toneladas, el equivalente al 1,6% del total mundial (1). En Colombia, se producen aproximadamente tres mil toneladas de cuesco de palma africana al año. El cuesco de palma es un residuo sólido resultante del proceso de producción de aceite de palma, que causa a su vez contaminación ambiental debido a la falta de alternativas que conlleven a su aprovechamiento en procesos industriales. Por esta razón, en este trabajo se eligió como material precursor de tipo lignocelulósico para la preparación de los carbones activados (2).

Los carbones activados (CAs) presentan alta estructura porosa que les confiere un área superficial y un volumen de porosidad elevado cuando se comparan con otros sólidos porosos, por ejemplo las zeolitas, arcillas y sílices que presentan valores de área superficial menores a 100 m²/g y poseen como límite superior valores de área superficial de alrededor de 600 m²/g (3). Estas características hacen de estos materiales excelentes adsorbentes en diferentes procesos. Los CAs presentan, además de las características ya mencionadas, otras ventajas relevantes como la versatilidad en la fabricación, es decir, la posibilidad de modificar su estructura porosa y química superficial con base en los requerimientos establecidos en una aplicación concreta; la posibilidad de modificar de forma sencilla su conformación (polvo, grano, tela, etc.); la posibilidad de recuperar el adsorbato; la fácil regeneración, entre otras (4).

La estructura porosa del CA está formada por secciones imperfectas de láminas grafíticas apiladas de tamaño pequeño, que poseen defectos estructurales, y que se entrelazan para crear una red tridimensional donde los espacios entre ellos constituyen la porosidad. Sin embargo, aunque la porosidad es la principal característica que se relaciona con la capacidad adsorbente de los carbones activados, la composición química de la superficie también juega un papel importante en la adsorción cuando se consideran interacciones específicas, ya que determina el contenido de humedad, las propiedades catalíticas, su carácter ácido o básico y la adsorción de especies polares (5,6).

Los carbones activados, se caracterizan textural y químicamente y se determinan entalpías de inmersión de los sólidos en agua y benceno, cuyos resultados se relacionan con las características superficiales, con el propósito de establecer su influencia en las interacciones energéticas de los carbones activados con los disolventes.

Para la preparación de carbón activado se suelen emplear dos metodologías: la activación física y la activación química. En la activación química el precursor se hace reaccionar con un agente químico activante y suele tener lugar en una única etapa a temperaturas que pueden variar entre 673 y 923 K. Se suelen usar como agentes activantes químicos ácidos, bases y sales en estado sólido o en solución. Estos agentes activantes favorecen la deshidratación y luego una reordenación estructural a temperaturas relativamente bajas (7-9).

En este trabajo, se prepararon CAs por activación química con soluciones acuosas de diferente concentración de dos activantes químicos, MgCl₂ y CaCl₂. Se utilizó cuesco de palma africana, *Elaeis guineensis*, como precursor. Se propone el uso de las sales como activantes para obtener sólidos mesoporosos que faciliten la entrada de los diferentes tipos de adsorbatos hacia los microporos.

Materiales y métodos

Impregnación y carbonización

El cuesco de palma africana se trituró y tamizó a un tamaño aproximado de 4 mm. Posteriormente se impregnó con soluciones acuosas de MgCl₂ o CaCl₂ en relación de 2 mL de solución por 1 g de material precursor; se utilizaron soluciones de las sales 3, 5 y 7% p/v. Durante el proceso se mantuvo una temperatura de 358 K durante 48 h. Los agentes químicos que se usaron en la impregnación química fueron reactivos analíticos marca Merck*.

Los sólidos impregnados se sometieron a carbonización en flujo de CO_2 de 110 mL/min hasta alcanzar temperaturas en el rango de trabajo entre 773 y 1073 K realizando una detención isotérmica durante 6 h. Posteriormente se mantuvo una temperatura de 723 K durante 2 horas en atmósfera de N_2 para retirar el exceso de CO_2 de los materiales (3). Los sólidos se lavaron, secaron y almacenaron en atmósferas de nitrógeno. La nomenclatura es: carbón activado granular, CAG; seguido de Ca o Mg de acuerdo a la sal activante; 3, 5, 7 es la concentración del impregnante (en % p/v) seguido de la temperatura de carbonización.

Caracterización textural

Los carbones activados se caracterizaron por adsorción física de $\rm N_2$ a 77 K en un equipo automático Autosorb 3B Quantachrome*, para determinar los parámetros texturales, a saber, área superficial, volumen de poro y tamaño de distribución de poro.

Determinación de la entalpía de inmersión

Se determinaron entalpías de inmersión de los carbones activados en agua y benceno en un microcalorímetro de conducción calor (4). Para esta determinación se pesaron alrededor de 100 mg de carbón activado y se colocaron en una ampolleta de vidrio que se acopló en el interior de la celda del equipo. Se pusieron 10 mL de disolvente en una celda de acero inoxidable, se estabilizó la temperatura y se comenzó el registro térmico. Luego se realizó la inmersión de la muestra en el disolvente, se registraron los cambios térmicos resultantes y por último se registró un post-período durante 20 min al final del cual se realizó la experiencia de calibración eléctrica (11,12).

Caracterización química

En cuanto a la caracterización química de los carbones activados, la acidez y basicidad total se evaluaron a través del método de Boehm (13), con soluciones de 0,1 M de NaOH y HCl que neutralizan los grupos ácidos y básicos de la superficie. Se determinó el pH en el punto de carga cero, pH $_{\rm PCC}$, mediante el método de titulación de masas (4).

Difracción de Rayos X (XRD)

La difracción de rayos X de los carbones activados preparados se tomó en un difractómetro de Rayos X usando radiación CuK α a 40 kV y 14 mA. Los carbones activados fueron macerados hasta obtener un polvo, que a su vez se puso en un soporte para medir el espectro de rayos X, los datos se tomaron de 5° < 20 < 80° a una velocidad de 0,1° (20) por minuto.

Rev. Colomb. Quim. 2015, 44 (3), 18-24.

Resultados y discusión

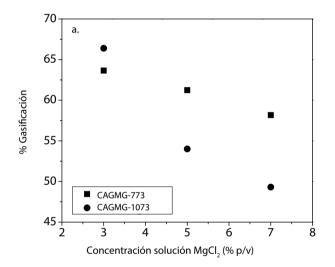
Las sales de Ca y Mg activan la reacción de gasificación del precursor con alto contenido de carbono para que se produzca una determinada porosidad en el sólido final. Se calculó la cantidad de masa que pierde el material precursor para cada condición de activación como el porcentaje de gasificación, cuyos resultados se encuentran entre 42,1 y 66,4%, que corresponden a rendimientos de alrededor del 30%. Estos rendimientos son semejantes a los que se han obtenido en trabajos similares, en los que los CAs se preparan a partir de materiales lignocelulósicos que se activan químicamente con soluciones de ácido fosfórico (14,15).

En la Figura 1 se observa que los porcentajes de gasificación están relacionados con el tipo de agente activante que se emplea, en la Figura 1a se muestran los porcentajes de gasificación que se obtienen en la serie activada con solución de CaCl₂ y en la Figura 1b los obtenidos para los carbones activados con soluciones de MgCl₂. Los valores de porcentajes para el proceso de gasificación con solución de CaCl₂ a 1073 K son mayores que para las otras condiciones. Para los sólidos obtenidos con soluciones de MgCl₂ a 773 y 1073 K y con soluciones de CaCl₂ a 773 K se observa una disminución en el porcentaje de gasificación con el

aumento en la concentración del activante. Esta tendencia se atribuye a que durante la activación con las sales, la pérdida de peso producida en la carbonización ocurre en concentraciones bajas ya que la pequeña cantidad de los impregnantes se puede distribuir de modo uniforme en el precursor. La acción catalítica de estos agentes activantes aumenta con la temperatura de activación y por lo tanto hay una mayor cantidad de material que se remueve de la matriz de los carbones.

En la Tabla 1 se presentan las características texturales de los carbones activados obtenidos. El área BET para la serie CAGMg se encuentra entre 20 y 501 m²/g y para la serie de CAGCa entre 10 y 453 m²/g. El volumen total de poro para estas mismas series se encuentra entre $0.02-0.29~\rm cm^3/g$ y $0.01-0.25~\rm cm^3/g$, respectivamente. Los resultados de los parámetros texturales son comparables con los reportados para carbones activados obtenidos a partir de residuos lignocelulósicos (16).

Las diferencias en las características texturales que se encuentran en los materiales carbonosos muestra que los agentes activantes que se emplean presentan un efecto diferente sobre las propiedades de los CAs en función de su naturaleza. Pero la mayor influencia se marca en la temperatura de activación, a 773 K la producción de porosidad es menor y por tanto se obtienen valores de área superficial y volumen de poro menores. El CA que presenta los mayores valores de área superficial y



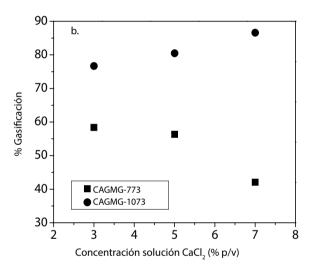


Figura 1. Porcentaje de gasificación del proceso de obtención de los carbones activados en función de la concentración de los agentes activantes. a). CAGMg, b). CAGCa

Tabla 1. Características texturales de los carbones activados obtenidos

Muestra	Área BET (m²/g)	V _{Total} (cm ³ /g)
CAGMg3-773	20,0	0,02
CAGMg5-773	35,0	0,03
CAGMg7-773	110	0,04
CAGMg3-873	105	0,25
CAGMg3-973	362	0,27
CAGMg3-1073	501	0,29
CAGCa3-773	19,0	0,03
CAGCa5-773	12,0	0,01
CAGCa7-773	10,0	0,01
CAGCa3-873	27,0	0,03
CAGCa3-973	247	0,24
CAGCa3-1073	453	0,25
CAGCa5-1073	433	0,22
CAGCa7-1073	223	0,20

volumen de poro corresponde a la muestra CAGMg3-1073, con valores de $501 \text{ m}^2/\text{g y } 0,29 \text{ cm}^3/\text{g}$, respectivamente.

La Figura 2 (a y b) presenta las isotermas de adsorción de nitrógeno para los carbones activados obtenidos, manteniendo constante la concentración de la sal en 3% y modificando la temperatura de activación. Se elige esta concentración porque con ella se obtienen carbones activados con valores más altos de adsorción de N₂.

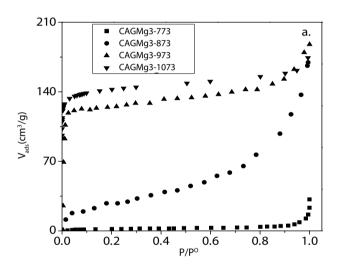
La activación con las dos sales (MgCl $_2$ y CaCl $_2$) presenta efectos similares; se observa que a menor temperatura en el proceso de activación se hace menor la adsorción de N $_2$ y se obtienen sólidos porosos con valores para los parámetros texturales menores. Los valores de adsorción de N $_2$ son de 1,5 cm³/g, indicando la alta influencia de las temperaturas de activación en el proceso de activación, creación de porosidad, con las sales que se emplean en este trabajo.

En la Figura 3 se presenta la distribución de tamaño de poro para la serie preparada a una misma concentración de CaCl_2 con cambio en la temperatura de activación. Se observa que al incrementar la temperatura de activación se obtienen mayores parámetros texturales. En relación con la distribución de tamaño de poro, que se calcula mediante el modelo Dubinin-Astakov (17), la Figura 2 muestra que para una misma concentración de la sal impregnante, el aumento de temperatura incre-

menta, a su vez, la cantidad y distribución del tamaño de poros. Así para los carbones activados con ${\rm CaCl}_2$ se presenta porosidad en el rango de los mesoporos (18).

De acuerdo con los resultados obtenidos en la caracterización textural se escogieron los carbones activados que presentaron los mayores valores de área superficial, que a su vez se activan a las menores concentraciones de las sales impregnantes, para determinar a estos sólidos los espectros de rayos x y calcular parámetros texturales de los CAs al aplicar la metodología STAC-XRD (Standard Analysis of Coal by XRD). Yoshizawa et al. (19) han contribuido al estudio del proceso de activación de carbones al aplicar un análisis de Fourier a los difractogramas de los CAs. Mediante esta técnica, se pueden obtener y estudiar parámetros estructurales del carbón, como número de capas que componen los apilamientos de planos aromáticos, \overline{N} , y la fracción de estructura apilada, P., que es equivalente a la fracción de estructura cristalina. Estos autores (19) denominaron esta técnica con las siglas STAC-XRD, y la aplicaron al estudio de la activación física de residuos lignocelulósicos, de carbones minerales y a la activación química de carbones de diferentes rangos.

En la Figura 4 se observa que la probabilidad de encontrar capas apiladas en cada una de las muestras es de diferente magnitud. Para el



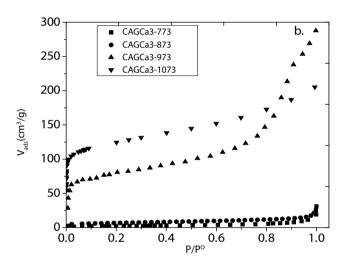
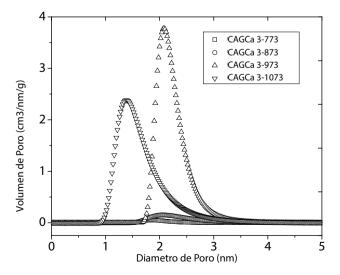
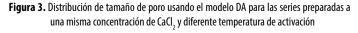


Figura 2. Isotermas de adsorción de Nitrógeno de los carbones activados con solución al 3%. a) MgCl., b) CaCl, a diferente temperatura de activación entre 773 y 1073 K





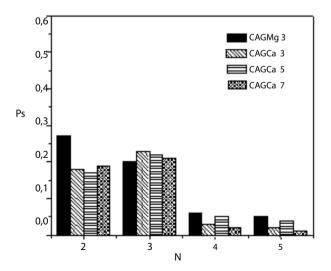


Figura 4. Distribución de capas aromáticas por apilamiento para las muestras CAGMg y CAGCa 1073K

21

carbón activado CAGMg3-1073 hay un aumento en la probabilidad de encontrar apilamientos de dos capas, así mismo se observa una disminución en la probabilidad de encontrar apilamientos de tres, cuatro y cinco capas. Este comportamiento se puede asociar con el efecto del agente activante sobre el precursor lignocelulósico, al aumentar la concentración del activante, la degradación del material orgánico aumenta también y por lo tanto la probabilidad de encontrar apilamientos de más de tres capas es menor, pues la matriz disminuye su organización (19,20).

En la Tabla 2 se presentan los resultados de la caracterización de los carbones activados escogidos usando la metodología STAC-XRD. Los parámetros establecidos para realizar el análisis corresponden a $\overline{\mathbf{N}}$ que está relacionado con la probabilidad de encontrar apilamientos de capas mayores a dos (su valor se expresa en promedio) y el parámetro \mathbf{P}_s , que corresponde a la proporción de carbono presente en la muestra como cristales de planos apilados con respecto al total de carbono del material.

Los resultados de la Tabla 3 muestran que cuando el material precursor se impregna con soluciones de CaCl_2 , a mayor concentración de la solución, el número promedio de capas apiladas aumenta y la fracción de estructura cristalina disminuye. Estos parámetros $\overline{\mathbf{N}}_y \mathbf{P}_s$ se relacionaron con el área superficial de los CAs y el resultado se presenta en la Figura 5. Se observó una reducción del promedio de capas en los apilamientos $\overline{\mathbf{N}}$, conforme aumenta el área superficial de los carbones. Esta tendencia es coherente desde un punto de vista estructural ya que la degradación de la matriz permite la obtención de mayores áreas superficiales y, por ende, la probabilidad de encontrar apilamientos de tres, cuatro y cinco capas disminuye. Con respecto al factor \mathbf{P}_s se observa, para el conjunto de carbones activados que se analizaron, un aumento del \mathbf{P}_s junto con el aumento del área superficial, que se relaciona con la posibilidad de creación de porosidad en los sólidos. Esta tendencia es similar a la que reportan otros investigadores (21, 22).

También se llevó a cabo la cuantificación del contenido de grupos ácidos y básicos en la superficie, pues se relaciona también con la concentración de la solución de la sal activante. Así, en la Tabla 3, se presenta el contenido de grupos ácidos y básicos totales para los carbones activados que se preparan con igual concentración de la solución de la sal y a diferentes temperaturas. Se observa que al impregnar con solución de MgCl $_{\rm 2}$ y al aumentar la temperatura de activación, se produce un incremento en la basicidad total de los carbones activados.

Para los carbones activados preparados con CaCl₂ se observa una tendencia diferente ya que el aumento en la temperatura genera un incremento moderado en la acidez y por tanto una disminución en la basicidad. Se observa que la muestra que se activa con solución de 3% de CaCl₂ a 1073 K presenta una acidez total superior a la basicidad total, lo que indica que existe una disminución de la densidad electrónica de los planos basales causada por la presencia de grupos oxigenados. Sin embargo, como se observa en los valores de la Tabla 3, la acidez total es moderada si se compara con el conjunto de carbones activados con soluciones de MgCl₂, por lo que el carácter de la superficie es ácido de acuerdo a los valores de pH en el punto de carga cero, pH_{PCC,} menores. Finalmente los carbones activados se caracterizan entálpicamente, por medio de calorimetrías de inmersión en benceno y agua para conocer el grado de hidrofobicidad de la superficie.

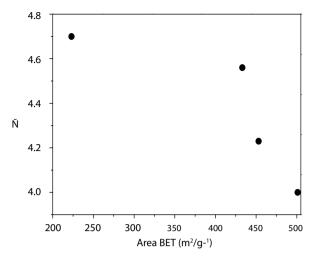
En la Figura 6 se presentan las curvas calorimétricas (potencial eléctrico en función del tiempo) obtenidas en la inmersión en benceno para cuatro carbones activados a una misma concentración del agente activante CaCl₂. El pico que se genera en las curvas es proporcional al calor que se produce en el contacto entre el sólido y el líquido y permite calcular la entalpía de inmersión. Teniendo en cuenta que los carbones activados se activan a diferentes temperaturas, se observa que a medida que incrementa la temperatura en el proceso de activación, se incrementa la interacción del sólido con el líquido y, como el benceno produce interac-

Tabla 2. Resultados de la caracterización por STAC XRD aplicada a los carbones activados a 1073 K

Muestra	Promedio de capas en los apilamientos N	Fracción de estructura cristalina Ps
CAGMg3-1073	4,00	0,08
CAGCa3-1073	4,23	0,07
CAGCa5-1073	4,56	0,06
CAGCa7-1073	4,70	0,04

Tabla 3. Contenido de acidez, basicidad total y punto de carga cero de los carbones activados con soluciones de CaCl, y MgCl, al 3% a diferente temperatura de activación

MUESTRAS	pH _{PCC}	Basicidad total (μmol/g)	Acidez total (μmol/g)
CAGMg3-773	8,02	817	88
CAGMg3-873	8,96	610	80
CAGMg3-973	9,25	644	72
CAGMg3-1073	9,92	1724	23
CAGCa3-773	6,98	510	40
CAGCa3-873	5,87	210	112
CAGCa3-973	4,63	145	174
CAGCa3-1073	4,08	123	262



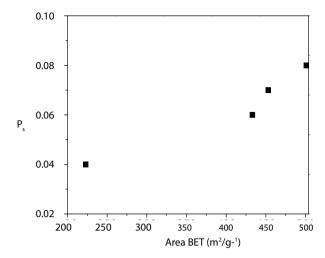


Figura 5. Relación entre los parámetros $\overline{\mathbf{N}}$ y Ps con el área superficial de los carbones activados

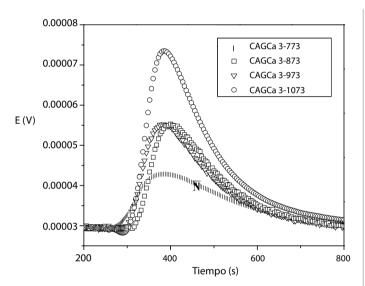


Figura 6. Curvas calorimétricas de la inmersión en benceno de los carbones impregnados con CaCl₂ a una misma concentración con cambio de la temperatura de activación

Tabla 4. Entalpías de inmersión en agua, benceno y factor hidrofóbico de los carbones activados

Muestra	-ΔHim H ₂ 0 (J/g)	-ΔHim C ₆ H ₆ (J/g)	Factor Hidrofóbico $-\Delta H_{imm} C_6 H_6 /$ $-\Delta H_{imm} H_2 O$
CAGMg3-773	$14,3 \pm 0,6$	$13,9 \pm 0,9$	0,97
CAGMg3-873	20,5 ± 1,3	26,6 ± 1,4	0,76
CAGMg3-973	27,6 ± 0,1	21,0 ± 1,0	1,30
CAGMg3-1073	$18,3 \pm 0,7$	38,6 ± 0,7	2,11
CAGCa3-773	32,8 ± 0,6	19,5 <u>+</u> 1,1	0,59
CAGCa3-873	24,5 ± 0,8	21,5 <u>+</u> 0,6	0,88
CAGCa3-973	17,8 ± 1,5	25,0 ± 0,9	1,40
CAGCa3-1073	17,3 ± 0,5	35,1 ± 0,3	1,96

ciones no específicas con el carbón activado, el aumento en la entalpía de inmersión indica un mayor desarrollo de área superficial.

En la Tabla 4 se presentan los resultados de las entalpías de inmersión de los carbones activados en agua y benceno y el valor del factor hidrofóbico que se calcula como el cociente entre la entalpía de inmersión en benceno y la entalpía de inmersión en agua. Las entalpías de inmersión en agua y en benceno son de carácter exotérmico, que es consistente con el proceso superficial que se lleva a cabo entre el sólido y el líquido. Las entalpías de inmersión en agua se encuentran entre -14,3 y -32,8 J/g y en benceno entre -13,9 y -38,6 J/g. En todas las series se observa que los valores entálpicos guardan una correlación con el área superficial de los sólidos; este comportamiento ha sido reportado en diferentes estudios (23, 24).

Con respecto al factor hidrofóbico, los valores se encuentran entre 0,97 y 2,11 para los materiales activados con las sales metálicas de calcio y magnesio a una misma concentración con cambio de la temperatura de activación. Esto muestra que los CAs que presentan los mayores valores de área BET tienen un factor hidrofóbico mayor, lo cual los hace adecuados para la adsorción de moléculas apolares. En la Tabla 4 se aprecia que las entalpías de inmersión en agua y benceno de los materiales carbonosos varían en cada serie con el incremento de la temperatura y dependiendo del agente activante.

Conclusiones

Los resultados experimentales muestran que las características texturales de los carbones activados preparados dependen del agente activante empleado, su concentración y temperatura de activación. Así, se muestran mayores valores de los parámetros texturales para la muestra CAGMg3-1073 que se impregna con solución acuosa de 3% p/v de MgCl $_2$ y se activa a 1073 K. En comparación, los carbones activados con soluciones de CaCl $_2$ presentan valores de área superficial entre 10 y 453 m²/g. Se obtuvieron carbones activados con diferentes características texturales: con áreas superficiales BET entre 10-501 m²/g y volúmenes de poro entre 0,01-0,29 cm³/g. Los carbones activados con mayores valores de área superficial presentan capas de apilamientos entre 4,00 y 4,70. Asimismo, la fracción de estructura cristalina aumenta al aumentar el área superficial.

La preparación de CAs empleando como activante cloruro de magnesio genera materiales con características básicas lo que indica que existe un aumento de la densidad electrónica de los planos basales causada por los grupos oxigenados a diferencia de los sólidos impregnados con CaCl,.

La química superficial de esta serie es de carácter ácido, evidenciándose el efecto causado por el agente activante que promueve la inclusión de grupos de oxígeno en la superficie de los carbones activados. Las entalpías de inmersión de los carbones activados en agua y benceno presentan valores entre -14,3 y -32,8 J/g y -13,9 y -38,6 J/g respectivamente. El mayor valor de entalpía de inmersión en benceno se encontró en la muestra CAGMg3-1073 K, esto es un indicativo de la afinidad en el proceso de adsorción que resulta similar para adsorbatos de diferente polaridad, entre estos se encuentra el CO₂ que es una molecula ácida; por ende este tipo de sólido puede ser estudiado en la remoción de este tipo de contaminante.

Agradecimientos

Los autores agradecen al convenio Marco entre la Universidad de Los Andes y la Universidad Nacional de Colombia y al acta de acuerdo establecido entre los Departamentos de Química de las dos Universidades.

Referencias

- 1. Fedepalma. Anuario estadístico 2015: La agroindustria de la palma de aceite en Colombia y el mundo. Fedepalma.: Bogotá, 2015.
- Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural. Anuario estadístico del sector agropecuario y pesquero 2014. Bogotá, 2014.
- Takei, T.; Chikazawa, M. Origin of differences in heats of immersion of silicas in water. *J. Colloid Interf. Sci.* 1998, 208, 570–574. DOI: http://dx.doi.org/10.1006/jcis.1998.5880
- 4. Salame, I.; Bandosz, T. J. Surface chemistry of activated carbons combining the results of TDP, Boehm, and potenciometric titrations. *J. Colloid Interf. Sci.* **2001**, *240*, 252-288. DOI: http://dx.doi.org/10.1006/jcis.2001.7596.
- Boehm, H.P. Surface oxides on carbon and their analysis: A critical assessment. *Carbon.* 2002, 40, 145-149. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/S0008-6223(01)00165-8.
- Guo, J.; Chong Lua, A. Textural and chemical properties of adsorbent prepared from palm shell by phosphoric acid activation. *Mater. Chem. Phys.* 2003, 80, 114-119. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/S0254-0584(02)00383-8.
- Jagtoyen, M.; McEnaney, B.; Stencel, J. Activated carbons from bituminous coals by reaction with H₃PO₄: Influence of coal cleaning. *Fuel Process. Technol.* 1993, 34, 85- 96. DOI: http://dx.doi. org/10.1016/0378-3820(93)90093-J
- Yoshizawa, N.; Maruyama, Y.; Yamada, Y.; Ishikawa, E.; Kobayashi, M.; Toda, Y.; Shiraishi, M. XRD evaluation of KOH activation process and influence of coal rank. *Fuel.* 2000, 81, 1717-1724. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/S0016-2361(02)00101-1.
- Molina-Sabio, M.; Rodríguez-Reinoso, F. Role of chemical activation in the development of carbon porosity. *Colloid Surface A*. 2004. 241, 15-25. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfa.2004.04.007.
- Rodríguez, G.; Giraldo, L.; Moreno, J.C. Evaluación de la señal generada en un calorímetro de conducción de calor en la determinación

- de entalpías de inmersión para caracterización de sólidos porosos. *Afinidad.* **2009**, *66*, 1-9.
- 11. Menendez, J. A. On the use of calorimetric techniques for the characterization of carbons: A brief review. *Thermochim. Acta.* **1998**, *312*, 79-86. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6031(97)00441-3.
- Giraldo, L.; Moreno, J.C. Determination of the immersion enthalpy of activated carbon by microcalorimetry of the heat conduction. *Instrum. Sci. Technol.* 2000, 28, 171-178.
- 13. Boehm, H.P. Some aspects of the surface chemistry of carbon blacks and other carbons. *Carbon.* **1994**, *32*, 759-769. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/0008-6223(94)90031-0.
- Molina-Sabio, M.; Rodriguez-Reinoso, F.; Caturla, F.; Sellys, M. J. Development of porosity in combined phosphoric acid- carbon dioxide activation. *Carbon.* 1996, 34, 457-462. DOI: http://dx.doi. org/10.1016/0008-6223(95)00209-X.
- Zuo, S.; Yang, J.; Liu, J.; Cai, X. Significance of the carbonization of volatile pyrolytic products on the properties of activated carbons from phosphoric acid activation of lignocellulosic material. *Fuel Process. Technol.* 2009, 90, 994- 1001. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/j. fuproc.2009.04.003.
- Ioannidou, O.; Zabaniotou, A. Agricultural residues as precursors for activated carbon production A review. *Renew Sust. Energ. Rev.* 2007, 11, 1966- 2005. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2006.03.013.
- Jakubov, T.; Mainwaring, D. Modified Dubinin–Radushkevich/Dubinin–Astakhov Adsorption Equations. J. Colloid Interf. Sc. 2002, 252, 263–268 DOI: http://dx.doi.org/10.1006/jcis.2002.8498
- Gryglewicz, G.; Lorenc-Grabowska, E. Mesoporous activated carbons from Ca and Fe exchanged sub-bituminous and bituminous coals. *Carbon.* 2004, 42, 688-691. DOI. http://dx.doi.org/10.1016/j.carbon.2004.01.001.
- Yoshizawa, N.; Maruyama, Y.; Yamada, Y.; Zielinska-Blajet, M. XRD evaluation of CO₂ activation process of coal and coconut shell-based carbons. *Fuel.* 2000, 79, 1461-1466. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/S0016-2361(00)00011-9.
- García, A.A.; Moreno, P.Y.; García, J.A.; Giraldo, L.; Moreno Piraján, J.C. Estudio de parámetros estructurales en la carbonización y activación de un carbón colombiano mediante difracción de rayos X. *Afinidad.* 2008, 65, 230-235.
- Takagi, H.; Yoshisawa, N.; Maruyama, K.; Yamada, Y.; Sato, Y. XRD analysis of carbon stacking structure in coal during heat treatment. *Fuel.* 2004, 83, 2427-2433. DOI: http://dx.doi.org/10.1016/j. fuel.2004.06.019.
- 22. Vargas, D.P.; Giraldo, L.; Moreno Pirajan, J.C. Caracterización estructural por adsorción y difracción de rayos X de monolitos de carbón activado a partir de cáscara de coco y cuesco de palma africana. *Afinidad.* 2009, 66, 493-497.
- Denoyel, R.; Fernandez-Colinas, J.; Grillet, Y.; Rouquerol, J. Assessment of the surface area and microporosity of activated charcoals from immersion calorimetry and nitrogen adsorption data. *Langmuir.* 1993, 9, 515–518. DOI: http://dx.doi.org/10.1021/la00026a025.
- 24. Stoeckli, F.; Centeno, TA. On the determination of surface areas in activated carbons. *Carbon.* **2005**, *43*, 1184-1190. DOI: http://dx.doi. org/10.1016/j.carbon.2004.12.010.

Article citation:

Acevedo, S.; Giraldo, L.; Moreno, J.C. Caracterización textural y química de carbones activados preparados a partir de cuesco de palma africana (*Elaeis guineensis*) por activación química con CaCl₂ y MgCl₂. *Rev. Colomb. Quim.* **2015**, *44* (3), 18-24. DOI: http://dx.doi.org/10.15446/rev. colomb.quim.v44n3.55606

Rev. Colomb. Quim. 2015, 44 (3), 18-24.